

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-277252

(43)Date of publication of application : 28.10.1997

(51)Int.Cl.

B29B 7/38  
B29B 13/02  
B29C 47/78  
C08J 3/20  
// B29K 83:00

(21)Application number : 08-117022

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 15.04.1996

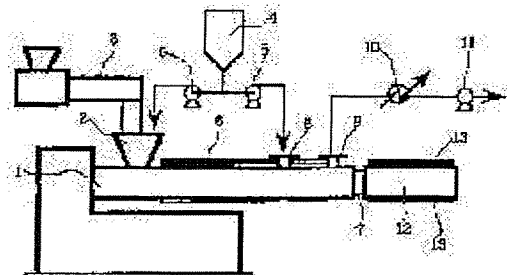
(72)Inventor : KIMURA KENICHI

## (54) APPARATUS FOR CONTINUOUSLY PRODUCING LIQUID SILICONE RUBBER BASE AND METHOD THEREFOR

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To perform strong kneading by a simple process and inexpensive equipment and to satisfactorily ensure a heating and mixing time at a high temp. by arranging a heating device heating a cylindrical body and heating the kneaded matter flowing through the cylindrical body in succession to the heating in a kneader.

**SOLUTION:** A cylindrical metal body 12 is connected to the discharge port 7 of a continuous kneader and an electric heater 13 is attached to the cylindrical body along with the continuous kneader 1 to heat the cylindrical body. 100 pts. of straight chain dimethylpolysiloxane blocked at both terminals thereof by a vinyl dimethylsilyl group and having viscosity of 10,000cSt at 25° C and 67 pts. of a wet silica fine powder with a specific surface area of 180m<sup>2</sup>/g and bulk density of 0.1kg/l being a filler are continuously supplied to a supply port 2 as main agents by using a gear pump and a powder quantitative feeder 3. The kneaded matter in the cylindrical body 12 is heated at 80-300° C for 1min or more. Therefore, strong kneading is performed by a simple process and a heating and mixing time at a high temp. can be satisfactorily ensured.



\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] Have the following and a granular material and base resin which were supplied from a continuous kneading machine feed hopper are kneaded, Form successively barrels which circulate kneaded material discharged from this outlet by outlet of a continuous kneading apparatus for liquid silicone rubber base manufacture which is extruded and is discharged from a continuous kneading machine outlet, and. A continuous manufacturing installation of a liquid silicone rubber base which allocates heating apparatus which heats this barrel and is characterized by constituting so that kneaded material which circulates inside of the above-mentioned barrel can be succeedingly heated to heating in the above-mentioned kneading machine.

A continuous kneading machine of one axis, biaxial, or a multiple spindle.

A granular material volumetrical feeder which supplies a granular material to a material supply port established in the continuous kneading machine upper part.

A base resin tank and a base resin feed pump which supply liquefied organopolysiloxane base resin to the above-mentioned feed hopper.

Heating apparatus which heats a continuous kneading machine.

[Claim 2] The device according to claim 1 which allocates a static mixer in the above-mentioned barrel.

[Claim 3] The device according to claim 1 or 2 which the two or more above-mentioned barrels were formed successively, and infixed a pump for a liquid silicone rubber base transfer between each barrel.

[Claim 4] Use the device according to claim 1, 2, or 3, and viscosity at 25 \*\* which contains at least two reaction groups in one molecule uses liquefied organopolysiloxane 100 weight section which is 100 – 1,000,000cSt as (A) base resin, and. (B) A continuous manufacturing method of a liquid silicone rubber base characterized by heating this kneaded material succeedingly within the above-mentioned barrel after specific surface area carries out 5–100 weight-section use of the silica system bulking agent which is more than 50–m<sup>2</sup>/g and kneads the above (A) and the (B) ingredient with the above-mentioned kneading machine as a granular material.

[Claim 5] A method according to claim 4 which is a range whose cooking temperature of kneaded material in the above-mentioned barrel is 80–300 \*\*, and heated this kneaded material 1 minute or more.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]This invention relates to the continuous manufacturing installation and continuous manufacturing method of the liquid silicone rubber base which can manufacture an efficient quality liquid silicone rubber base with an easy process and a cheap device.

[0002]

[Description of the Prior Art]What carries out an addition reaction and is stiffened under existence of what roughly divides, mixes organic peroxide to organopolysiloxane crude rubber as silicone rubber, carries out heating vulcanization, and is used as a hardened material, and the vinyl group used abundantly for injection molding in recent years is used widely.

[0003]In any case, a lot of bulking agents or reinforcing agents are mixed to the organopolysiloxane crude rubber or vinyl group content organopolysiloxane which is base resin, and these silicone rubber is improving physical properties. For example, 5-200 weight-section addition of the inorganic filler is carried out to organopolysiloxane 100 weight section, and the life-span of [ the various physical properties corresponding to OA equipment ] is made to extend in JP,62-252457,A. In JP,5-28737,B, the bulking agent which makes representation impalpable powder silica of zero to 300 weight section to organopolysiloxane 100 weight section is mixed, and the silicone rubber composition for injection molding is manufactured.

[0004]However, when adding such a bulking agent or a reinforcing agent so much and manufacturing silicone rubber, if the surface treatment of a bulking agent or a reinforcing agent is fully performed or prolonged heat treatment is not added in relatively high temperature, the product where physical properties were stabilized is hard to be obtained. For example, at JP,7-238228,B, in order to control the viscosity rise by temporality and to give good preservation stability, hexamethyldisilazane is added, and the temperature of 1 hour and also 100-250 \*\* is performing heat-treatment at ordinary temperature for 2 hours or more. At JP,61-130344,A, the heating mixing process of 2 to 3 hours is performed at 150 \*\*.

[0005]Although research of former versatility is made especially about the manufacturing method of liquid silicone rubber, Processing until it mixes the silicone oil and the inorganic filler which are base resin also in this case and obtains base polymer is a problem, and in order to raise the rubber strength of the usually scoured base polymer, it is necessary to perform a powerful scour lump and heat-treatment.

[0006]It elaborates on the continuous production method with which research is advanced briskly on the other hand using the continuous kneading apparatus which uses one axis or a biaxial screw extruder. As shown in drawing 4, a continuous kneading apparatus In this case, the continuous kneading machine 1 of one axis, biaxial, or a multiple spindle, The granular material volumetrical feeder 3 which supplies a granular material to the material supply port 2 established in the continuous kneading machine upper part, The base resin tank 4 and the base resin feed pump 5 which supply organopolysiloxane base resin to this feed hopper 2, and the heating apparatus 6 which heats a continuous kneading machine are provided, the raw material (base resin and granular material) supplied from the continuous kneading machine feed hopper 2 is kneaded, and it is discharged from the continuous kneading machine outlet 7. This continuous kneading machine 1 can be equipped with the adjustment oil addition opening 8 or the deaeration port 9, viscosity can be adjusted with the adjustment oil addition opening 8 at the time of discharge of kneaded material, and the suction removal of a volatile constituent is made by the capacitor 10 and the vacuum

pump 11 if needed from the deaeration port 9.

[0007]In such a continuous kneading apparatus, in order to apply a big share rate and to scour by a high velocity revolution, the axial length rate over a screw diameter has a limit, the holding time within a continuous kneading machine is restricted naturally, and from tens of seconds, since it is about several minutes, hotter processing etc. are usually performed.

[0008]However, in order to obtain the liquid silicone rubber base which has outstanding physical properties, Are raising preservation stability so that easily [ a certain amount of cooking time is required with big kneading energy, for example, /, in JP,4-28008,B, an apparatus kneading part may be heated at 200-300 \*\* using a biaxial type continuous kneading machine and / the application or the automation to an injection molding machine ], but. It is thixotropic, and since kneaded material is inferior to mobility, it is difficult for it to obtain the base of the stable quality. Although secure kneading and cooking time, and a process is divided by kneading temperature's being 150-300 \*\*, and connecting two biaxial continuous kneading machines continuously in U.S. Pat. No. 5409978 and the technique of making heat-treatment time extend is proposed, Although it becomes complicated furnishing, reservation of long holding time was difficult for this method. Therefore, development of the continuous manufacturing method of the liquid silicone rubber base using the method of easier and rational kneading heating is desired.

[0009]In this invention, it was made in view of the above-mentioned situation.

Therefore, a powerful scour lump and the heating mixing time in an elevated temperature can be secured to satisfaction with an easy process and cheap equipment, and it aims at providing the continuous manufacturing installation and continuous manufacturing method of a liquid silicone rubber base which give an efficient stable and quality liquid silicone rubber base.

[0010]

[Means for Solving the Problem]This invention in order to attain the above-mentioned purpose A continuous kneading machine of (1) 1 axis, biaxial, or a multiple spindle, A granular material volumetrical feeder which supplies a granular material to a material supply port established in the continuous kneading machine upper part, A base resin tank and a base resin feed pump which supply liquefied organopolysiloxane base resin to the above-mentioned feed hopper, Provide heating apparatus which heats a continuous kneading machine, and a granular material and base resin which were supplied from a continuous kneading machine feed hopper are kneaded, Form successively barrels which circulate kneaded material discharged from this outlet by outlet of a continuous kneading apparatus for liquid silicone rubber base manufacture which is extruded and is discharged from a continuous kneading machine outlet, and. A continuous manufacturing installation of a liquid silicone rubber base having allocated heating apparatus which heats this barrel, and constituting so that kneaded material which circulates inside of the above-mentioned barrel can be succeedingly heated to heating in the above-mentioned kneading machine, (2) Form successively a device of the above-mentioned (1) statement which allocates a static mixer in the above-mentioned barrel, and the two or more (3) above-mentioned barrels, and. A device a device the above (1) which infixed a pump for a liquid silicone rubber base transfer between each barrel, or given in (2), (4) above (1), (2), or given in (3) is used, (A) Viscosity at 25 \*\* which contains at least two reaction groups in one molecule uses liquefied organopolysiloxane 100 weight section which is 100 - 1,000,000cSt as base resin, and. (B) Specific surface area carries out 5-100 weight-section use of the silica system bulking agent which is more than 50-m<sup>2</sup>/g as a granular material, A continuous manufacturing method of a liquid silicone rubber base characterized by heating this kneaded material succeedingly within the above-mentioned barrel after kneading the above (A) and the (B) ingredient with the above-mentioned kneading machine, And cooking temperature of kneaded material in the (5) above-mentioned barrel provides 80 - a method of the above-mentioned (4) statement of being a range which is 300 \*\* and having heated this kneaded material 1 minute or more.

[0011]According to a continuous manufacturing installation and a continuous manufacturing method of a liquid silicone rubber base of this invention. A barrel which can be heated to a continuous kneading machine exit in order to secure heating mixing time in the above-mentioned elevated temperature is connected, Succeedingly continuous heating mixing can be performed, and an easy process and cheap equipment can perform a powerful scour lump compared with a conventional method, and. Heating mixing time in an elevated temperature can be secured to satisfaction, moreover, a viscosity rise by temporality

of a silicone rubber base can be controlled also in a continuous manufacturing method, and a liquefied base excellent in preservation stability can be manufactured.

[0012]By adjusting length and a diameter of a heating cylinder according to this invention device and a method, Heat-treatment time can be changed freely, without a continuous kneading machine's scouring and reducing lump power, a share rate, etc., When heat-treatment which was a problem of continuous manufacture of the conventional liquid silicone rubber base can be adjusted easily and can be performed, There are a part which it is simpler in process than in a method of combining a continuous kneading machine with multistage, and a process is simplified, and can reduce a manufacturing facility, and an advantage which the amount of money for plant-and-equipment investment can also suppress cheaply.

[0013]A gear pump can be formed in heating cylinder pars intermedia connected with the above-mentioned continuous kneading machine in this invention when a liquid silicone rubber base was high consistency, a method of holding extrusion impelling force, or forming a static mixer in said heating cylinder, and making a heat history equalizing can also be used together, and it is dramatically advantageous industrially.

[0014]

[Embodiment of the Invention]Hereafter, drawing 1 explains per example of this invention device. About the conventional device and identical configuration parts of drawing 4, the same reference mark is attached and the explanation is omitted.

[0015]In the device of drawing 4, the device of this drawing 1 connects the barrel 12 which can be heated to said continuous kneading machine outlet 7, and installs the heating apparatus 13 in this barrel 12, and enables heating of kneaded material continuously.

[0016]The continuous kneading machine used by this invention is a continuous kneading machine of one axis, biaxial, or a multiple spindle, and the apparatus usually marketed can be used for it. As the above-mentioned continuous kneading machine, TEM (made by Toshiba Machine Co., Ltd.), KRC (made in Kurimoto Steel Place), etc. are mentioned, for example.

[0017]as such a numerical value that the above-mentioned continuous kneading machine is preferred and realistic that the axial length L to screw diameter D is large in order to lengthen holding time at the time of kneading — ratio-of-length-to-diameter= — ten or more, especially, the thing beyond ratio-of-length-to-diameter=30 is preferred and is used abundantly.

[0018]One place or two or more auxiliary agent addition openings, a deaeration port, the sensor mounting port for instrumentation, etc. can also be provided between outlets from a feed hopper not to mention a material supply port or a kneaded material outlet like [ the above-mentioned continuous kneading machine ] the conventional kneading apparatus shown in drawing 1. It is also possible to double with object products and to use the apparatus which can be cooled [ heating or ].

[0019]If the barrel connected with a continuous kneading machine is provided with the heating apparatus which can be held to desired temperature, shape will not be asked, but following on the continuous kneading machine of the preceding paragraph, pressure loss is suppressed as much as possible, and it is preferred that it is cylindrical for heat-treating efficiently.

[0020]Although neither of the methods, thermal heating, electric heater heating, nor steam heating, can be available for heat-treatment and it can install a device suitable for these heat-treatment, As for especially the heating conditions especially of the kneaded material which circulates the inside of a barrel, it is desirable for the range for 5 minutes or more to take 1 minute or more at 150–300 \*\* 80–300 \*\*. Hydrophobing of the silica system bulking agent in which the cause which causes a viscosity rise according [ cooking temperature ] to temporality by heating of less than 80 \*\* and a short time contains a silanol group much may not fully be performed, In order [ which may produce degradation of liquefied organopolysiloxane, and the separation of a reaction group and main chain cutting which are base resin, and which it specifically has in / at least two / one molecule if it exceeds 300 \*\*, and especially secures the preservation stability of a liquid silicone rubber base ] to carry out, the range of 150–300 \*\* is preferred.

[0021]The length and the diameter of the barrel concerned are adjusted by the time which can secure the preservation stability of a liquid silicone rubber base. When the viscosity of the liquid silicone rubber base extruded from a continuous kneading machine is high consistency or the base transfer impelling force several meters and in the barrel concerned declines in the length of the barrel concerned, It is preferred to divide the barrel 12 concerned into two division or the plurality beyond it, as shown in drawing 2, and to

insert the pump 14 for a liquid-silicone-rubber transfer which can be heated in a division part. It is preferred to heat this pump as well as the barrel concerned.

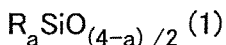
[0022]As a pump for a liquid-silicone-rubber transfer, a gear pump, a snake pump (made by MAAG), for example, EXPAC, a Mono pump (product made from \*\*\*\* Equipment), etc. are used suitably.

[0023]In order to make more into homogeneity the heat history which the liquid silicone rubber base which passes through the inside of the barrel concerned receives in this invention, it is also an effective means to insert a static mixer in the inside of the barrel concerned. It is also possible for this static mixer to be inserted into the barrel 12, as shown in drawing 3, and to use together with the above-mentioned pump 14 for a liquid-silicone-rubber transfer.

[0024]As the above-mentioned static mixer, a static mixer (Made in NORITAKE Company) etc. can use it conveniently, for example.

[0025]The above-mentioned device is used for the manufacturing method of this invention, (A) As a liquefied organopolysiloxane (B) granular material which contains at least two reaction groups in one molecule as base resin. The liquid silicone rubber base containing the silica system bulking agent more than specific surface area  $^2$ [ of 50 m ]/g whose main ingredients are  $\text{SiO}_2$  is manufactured continuously.

[0026]If it is organopolysiloxane which has at least two or more reaction groups in one molecule, it is usable in anything, but here the (A) ingredient which is base resin of a liquid silicone rubber base. It is shown by especially the following average composition formula (1), and at least two or more reaction groups and the organopolysiloxane which especially has an alkenyl group or a hydroxyl group are suitably used into one molecule.



(However, the inside R of a formula is a basis chosen from an alkenyl group, a hydroxyl group, and a monovalent hydrocarbon group, and its at least two pieces are an alkenyl group or a hydroxyl group.) a is the number of 1.95–2.05.

[0027]In the above-mentioned formula (1), the thing of the carbon numbers 2–4, such as a vinyl group and an allyl group, can be mentioned as an alkenyl group of R. As a monovalent hydrocarbon group as R other than an alkenyl group and a hydroxyl group, The thing of the carbon numbers 1–12 is preferred, for example, aryl groups, such as cycloalkyl groups, such as alkyl groups, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, a butyl group, and a pentyl group, and a cyclohexyl group, a phenyl group, and benzyl, etc. are mentioned. a is the number of 1.95–2.05.

[0028]As for especially the viscosity of this organopolysiloxane, in 25 \*\*, it is preferred that it is 1,000 – 100,000cSt 100 to 1,000,000 cSt.

[0029]Next, as a (B) ingredient which is a bulking agent, the main ingredients are  $\text{SiO}_2$  and the silica

system bulking agent powder more than  $50\text{--m}^2/\text{g}$  is used for specific surface area. As such a bulking agent, fumed silica, sedimentation nature silica, hydrophobing processing silica, etc. are mentioned, for example. The refining powder to which included the modifier a part for silicone oil and for silica surface processing, etc. a little, and bulk density was made to increase in addition to the above-mentioned silica can also be used effectively. Bulking agents other than a silica system bulking agent can be blended as occasion demands.

[0030]According to [ it is effective from the purpose of this invention, and ] this invention, that it is 25 – 80 weight section especially the loadings of this silica system bulking agent five to 100 weight section to organopolysiloxane 100 weight section of the above-mentioned (A) ingredient. Even when abundant combination of the bulking agent is carried out, a stable silicone rubber base can be manufactured certainly.

[0031]

[Effect of the Invention]According to this invention method, by adjusting the length and the diameter of a heating cylinder object, Heat-treatment time can be changed freely, without a continuous kneading machine's scouring and reducing lump power, a share rate, etc., The heat-treatment which was a problem of continuous manufacture of a liquid silicone rubber base conventionally is easy, the viscosity rise by temporality can be controlled also in a continuous manufacturing method compared with the conventional method, and a liquid silicone rubber base with preservation stability can be manufactured. It is simpler in process than in the method of combining a continuous kneading machine with multistage, and there is an

advantage which the amount of money for plant-and-equipment investment also suppresses cheaply.  
[0032]

[Example] Although an example and a comparative example are shown and this invention is explained concretely hereafter, this invention is not restricted to the following example. It is a value [ in / each / the part in each example can be set to a weight section, and / in viscosity / 25 \*\* ].

[0033] The continuous kneading machine used in the example has a mechanism shown in drawing 1 - 3. They are a screw diameter of 50 mm, and the three-section screw said direction rotation type biaxial screw extruder of ratio-of-length-to-diameter=50 (L is axial length and D is a screw diameter).

Provide the feed hopper which adds the silica powder which uses as the main ingredients  $\text{SiO}_2$  which is organopolysiloxane and the bulking agent which are base resin of a liquid silicone rubber base in the above-mentioned continuous kneading machine, and the outlet which extrudes kneaded material, and. A deaeration port and a vacuum pump aiming at volatile-matter-content removal were installed in the continuous kneading machine middle. The oil supply port for adjusting viscosity at the time of the discharge from the continuous kneading machine of a liquid silicone rubber base was provided near the continuous kneading machine outlet.

[0034] [Example 1] In the device shown in drawing 1, the cylindrical metal barrels 12 50 mm in inside diameter and 500 mm in length are connected to the continuous kneading machine outlet 7, Attach the electric heater 13 to this barrel with the above-mentioned continuous kneading machine, and that whose heating was enabled is used, 100 copies of straight-chain-shape dimethylpolysiloxane of viscosity 10,000cSt at 25 \*\* by which both ends were blocked with the vinyl dimethylsilyl group as base resin from the feed hopper, Specific surface area  $180\text{m}^2/\text{g}$  and 67 copies of wet system silica impalpable powder of 0.1 kg/l of bulk density were supplied continuously, using a gear pump and the granular material volumetrical feeder 3 as a bulking agent. Holding the temperature of the continuous kneading machine at 80 \*\* or less, other portions held from a feed hopper to ratio-of-length-to-diameter=15 at 250 \*\*. The temperature of the metallic cylinder connected to the continuous kneading machine was also held throughout 250 \*\*. The same both ends as base resin added 95 copies of straight-chain-shape dimethylpolysiloxane of 25 \*\* viscosity 10,000cSt blocked with the vinyl dimethylsilyl group as oil for regurgitation viscosity control in the middle of the continuous kneading machine.

[0035] The holding time of the whole device with which the holding time in a continuous kneading machine included the metallic cylinder for 90 seconds was 8 minutes.

[0036] The liquid silicone rubber base discharged from the device was quenched at 50 \*\* or less. The obtained liquid silicone rubber base measured the viscosity with the passage of time after carrying out heating neglect at the initial viscosity immediately after manufacture, and 105 \*\* for 6 hours using a rotational viscometer (the Brookfield viscometer by Tokyo Keiki Co., Ltd., No.7 rotor, 10 rpm). 100 copies of liquid silicone rubber bases which manufactured with the described method in order to make a rubber elastomer harden a liquid silicone rubber base and to measure a rubber physical property are received, The side chain vinyl group content ORGANO polysiloxane oil containing 5 mol of vinyl groups to the Si-O group 100 mol of 25 \*\* viscosity 700cSt 3.6 copies, The hydrogen atom coupled directly with Si atom the side chain SiH-group content ORGANO hydrogen polysiloxane oil which is 0.05 mol/g Five copies, The isopropanol solution of 1% of platinum concentration was respectively mixed as ethynylcyclohexanol 50% of 0.4 copy of organic solution and a curing catalyst, and it was made to harden for 10 minutes at 120 \*\*. The obtained rubber elastomer did the rubber physical property examination of hardness, tensile strength, elongation, tearing strength, etc. based on JIS-K-6301. Hardness used the spring-loaded hardness tester A type, and tensile strength, elongation, and tearing strength measured by using a quick leader (made by the Kamishima factory company). The result of viscosity and a rubber physical property is collectively shown in Table 1.

[0037] [Example 2] As shown in drawing 2, the cylindrical metal barrels 12 50 mm in inside diameter and 500 mm in length are connected to the continuous kneading machine delivery 7, And the electric heater 13 is attached to this barrel with the above-mentioned continuous kneading machine, further, the gear pump (pump for a transfer) 14 was connected to the outlet part of said barrel, heating was made possible and the cylindrical metal barrels 12 50 mm in inside diameter and 500 mm in length were continuously attached to said gear-pump outlet part again. The liquid silicone rubber base was manufactured by the same formula as Example 1 except a gear pump and a metallic cylinder using a device provided with

heating apparatus. The holding time in a continuous kneading machine was 15 minutes for 90 seconds with the whole device including two sets of metallic cylinders, and a gear pump. The result of the viscosity of the hardened material obtained like Example 1 and a rubber physical property is collectively shown in Table 1.

[0038][Example 3] As shown in drawing 3, the cylindrical metal barrels 12 50 mm in inside diameter and 500 mm in length are connected to the continuous kneading machine delivery 7, The electric heater 13 was attached to this barrel with the above-mentioned continuous kneading machine, heating was made possible, and the static mixer (static mixer) 15 provided with two or more elements was inserted in the inside of the barrel concerned. Connect the gear pump 14 to the outlet part of said barrel, and again to said gear-pump 14 outlet part continuously 50 mm in inside diameter. The cylindrical metal barrels 12 500 mm in length and the electric heater 13 were attached, and the liquid silicone rubber base was manufactured by the same formula as Example 1 except using the device with which the gear pump and the metallic cylinder are provided with heating apparatus. The holding time in a continuous kneading machine was 14 minutes for 90 seconds with the whole device including two sets of metallic cylinders, and a gear pump. The result of the viscosity of the hardened material obtained like Example 1 and a rubber physical property is collectively shown in Table 1.

[0039][Comparative example] The liquid silicone rubber base was manufactured using the continuous kneading machine shown in drawing 4. The manufacture presentation is the same as that of Example 1. The holding time in a continuous kneading machine was 90 seconds.

[0040]According to this invention, from the result of Table 1, it was checked that a quality liquid silicone rubber base with little viscosity change can be manufactured at an easy process.

[0041]

[Table 1]

		初期粘度 (P)	経時粘度 (P)	硬 度 (JIS-A)	引張強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	伸 び (%)	引裂強度 (kg/cm)
実 施 例	1	900	1500	42	60	260	7
	2	780	880	42	68	310	10
	3	770	800	40	72	350	11
比較例 1		900	3850	42	55	230	6

[Translation done.]



\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]It is a schematic diagram showing the continuous manufacturing installation of this invention.

[Drawing 2]It is a schematic diagram showing other examples which installed the gear pump between the barrels of this invention.

[Drawing 3]It is a schematic diagram showing another example which installed the static mixer and the gear pump in the barrel of this invention.

[Drawing 4]It is a schematic diagram showing the conventional continuous kneading apparatus.

[Description of Notations]

- 1 Continuous kneading machine
- 2 Continuous kneading machine feed hopper
- 3 Granular material volumetrical feeder
- 4 Base resin tank
- 5 Base resin feed pump
- 6 Heating heater
- 7 Continuous kneading machine outlet
- 8 Adjustment oil addition opening
- 9 Deaeration port
- 10 Capacitor
- 11 Vacuum pump
- 12 Barrel
- 13 Heating heater
- 14 The pump for a transfer
- 15 Static mixer

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

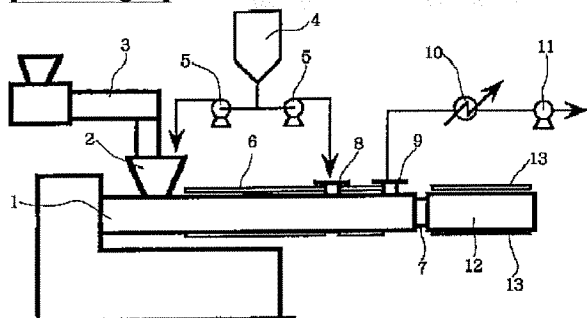
- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

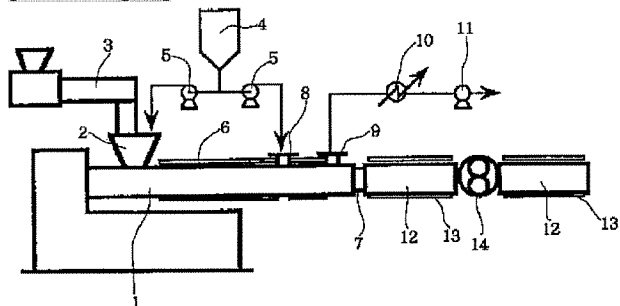
DRAWINGS

---

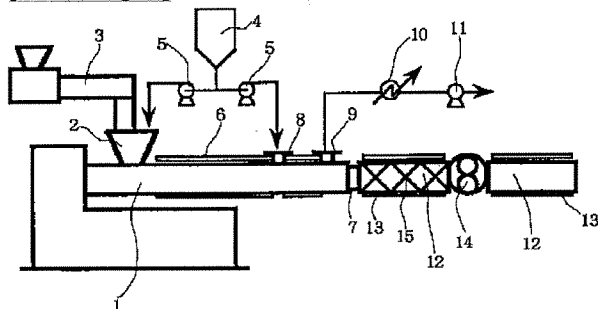
[Drawing 1]



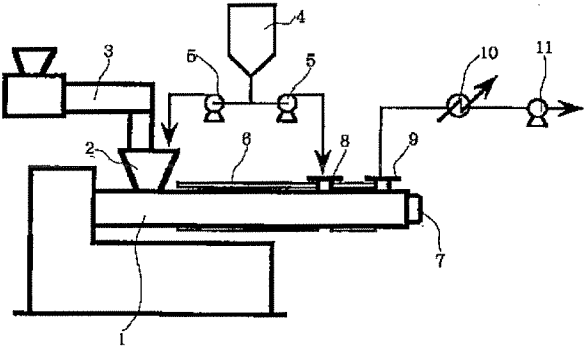
[Drawing 2]



[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-277252

(43)公開日 平成9年(1997)10月28日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 9 B 7/38			B 2 9 B 7/38	
13/02			13/02	
B 2 9 C 47/78			B 2 9 C 47/78	
C 0 8 J 3/20	CFH		C 0 8 J 3/20	CFH
// B 2 9 K 83:00				

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平8-117022

(22)出願日 平成8年(1996)4月15日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 木村 憲一

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化

学工業株式会社群馬事業所内

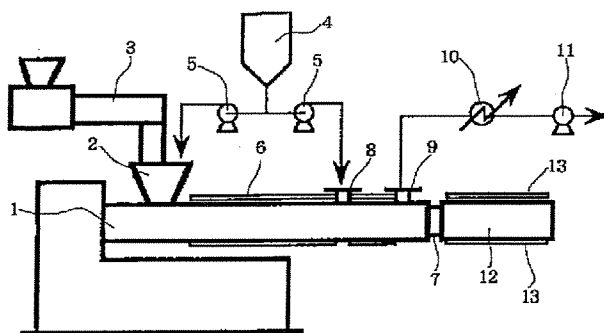
(74)代理人 弁理士 小島 隆司

(54)【発明の名称】 液状シリコーンゴムベースの連続的製造装置及び連続的製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【解決手段】 1軸、2軸又は多軸の連続混練機と、連続混練機供給口に粉体を供給する粉体定量供給機と、主剤を供給する主剤タンク及び主剤供給ポンプと、連続混練機を加熱する加熱装置とからなり、連続混練機供給口から供給された原料が混練されて連続混練機排出口から排出される連続混練装置において、前記連続混練機排出口に加熱可能な筒体を連結すると共に、該筒体に加熱装置を設置して連続的に混練及び加熱可能にし、上記装置を使用した液状シリコーンゴムベースを連続的に製造する。

【効果】 加熱筒体の長さ及び径を調節することにより、連続混練機の練り込み力・シェアレート等を低下させることなく自由に加熱処理時間を変更可能であり、加熱処理が容易で経時による粘度上昇を抑制し、保存安定性のある液状シリコーンゴムベースを製造可能である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 1軸、2軸又は多軸の連続混練機と、連続混練機上部に設けられた原料供給口に粉体を供給する粉体定量供給機と、上記供給口に液状オルガノポリシロキサン主剤を供給する主剤タンク及び主剤供給ポンプと、連続混練機を加熱する加熱装置とを具備し、連続混練機供給口から供給された粉体と主剤とが混練され、押し出されて連続混練機排出口から排出される液状シリコーンゴムベース製造用連続混練装置の排出口に、該排出口から排出される混練物を流通させる筒体を連設すると共に、該筒体を加熱する加熱装置を配設して、上記筒体内を流通する混練物を上記混練機における加熱に引き続いて加熱し得よう構成したことを特徴とする液状シリコーンゴムベースの連続的製造装置。

【請求項2】 上記筒体内に静的ミキサーを配設してなる請求項1記載の装置。

【請求項3】 上記筒体を2個以上連設すると共に、各筒体間に液状シリコーンゴムベース移送用ポンプを介装した請求項1又は2記載の装置。

【請求項4】 請求項1、2又は3記載の装置を使用し、(A)主剤として1分子中に少なくとも2個の反応基を含有する25℃における粘度が100～1,000,000cStである液状オルガノポリシロキサン100重量部を使用すると共に、(B)粉体として比表面積が50m<sup>2</sup>/g以上であるシリカ系充填剤を5～100重量部使用し、上記(A)、(B)成分を上記混練機で混練した後、この混練物を上記筒体内で引き続き加熱することを特徴とする液状シリコーンゴムベースの連続的製造方法。

【請求項5】 上記筒体内における混練物の加熱温度が80～300℃の範囲であり、この混練物を1分以上加熱するようにした請求項4記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、簡単な工程かつ安価な装置で効率良く高品質の液状シリコーンゴムベースを製造することができる液状シリコーンゴムベースの連続的製造装置及び連続的製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】シリコーンゴムとしては、大きく分けてオルガノポリシロキサン生ゴムに有機過酸化物を混合し、加熱加硫させて硬化物とするものと、近年、射出成形用に多用されているビニル基の存在下で付加反応させて硬化させるものが汎用されている。

【0003】これらシリコーンゴムは、いずれの場合も主剤であるオルガノポリシロキサン生ゴム又はビニル基含有オルガノポリシロキサンに多量の充填剤又は補強剤を混合し、物性を高めている。例えば、特開昭62-252457号公報では、オルガノポリシロキサン100

重量部に対して無機質充填剤を5～200重量部添加し、OA機器に対応した諸物性を長寿命化させている。また、特公平5-28737号公報では、オルガノポリシロキサン100重量部に対して0～300重量部の微粉末シリカを代表とする充填剤を混合し、射出成形用シリコーンゴム組成物を製造している。

【0004】しかしながら、このような充填剤又は補強剤を多量に添加してシリコーンゴムを製造する場合は、充填剤又は補強剤の表面処理を十分に行うか、あるいは比較的高温にて長時間熱処理を加えなければ物性の安定した製品が得られ難い。例えば、特公平7-238228号公報では、経時による粘度上昇を抑制して良好な保存安定性を付与するためにヘキサメチルジシラザンを添加すると共に、常温で1時間、更に100～250℃の温度で2時間以上加熱処理を行っている。また、特開昭61-130344号公報では、150℃にて2時間から3時間の加熱混合処理を行っている。

【0005】特に液状シリコーンゴムの製造方法に関して、これまで種々の研究がなされているが、この場合も主剤であるシリコーンオイルと無機質充填剤を混合し、ベースポリマーを得るまでの処理が問題であり、通常練られたベースポリマーのゴム強度を高めるために強力な練り込みや加熱処理を行う必要がある。

【0006】一方、盛んに研究が進められている連続製造方法は、1軸又は2軸のスクリュウ押し出し機を使用した連続混練装置を用いて練り込むものである。この場合、連続混練装置は、図4に示すように1軸、2軸又は多軸の連続混練機1と、連続混練機上部に設けられた原料供給口2に粉体を供給する粉体定量供給機3と、該供給口2にオルガノポリシロキサン主剤を供給する主剤タンク4及び主剤供給ポンプ5と、連続混練機を加熱する加熱装置6とを具備し、連続混練機供給口2から供給された原料(主剤及び粉体)が混練されて連続混練機排出口7から排出される。更に、この連続混練機1には調整オイル添加口8や脱気口9を備え、調整オイル添加口8により混練物の排出時粘度の調整を行うことができ、脱気口9からは必要に応じてコンデンサー10及び真空ポンプ11により揮発成分の吸引除去がなされるものである。

【0007】このような連続混練装置では、高速回転で大きなシェアレートを加えて練り込むため、スクリュウ径に対する軸長割合に限界があり、連続混練機内での滞留時間は自ずと制限され、通常数十秒から数分程度であるため、より高温の処理等が行われている。

【0008】しかし、優れた物性を有する液状シリコーンゴムベースを得るには、大きな練りエネルギーと共にある程度の加熱時間が必要であり、例えば特公平4-28008号公報では、2軸型連続混練機を用いて機器混練部を200～300℃に加熱し、射出成形機への応用や自動化が容易であるように保存安定性を向上させてい

るが、混練物はチクソトロピックであり、流動性に劣るため、安定した品質のベースを得ることが難しい。また、米国特許第5409978号においては、混練温度を150～300℃とすると共に、2軸連続混練機を2台連続して繋げることに、練り及び加熱時間を確保し、工程を分けると共に加熱処理時間を延長させる手法を提案しているが、この方法は、設備が複雑となる割には長い滞留時間の確保が困難であった。従って、より簡単で合理的な混練加熱の方法を利用した液状シリコンゴムベースの連続的製造方法の開発が望まれる。

【0009】本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、簡単な工程かつ安価な設備で強力な練り込み及び高温での加熱混合時間を満足に確保し得、効率良く安定かつ高品質の液状シリコンゴムベースを与える液状シリコンゴムベースの連続的製造装置及び連続的製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は上記目的を達成するため、

(1) 1軸、2軸又は多軸の連続混練機と、連続混練機上部に設けられた原料供給口に粉体を供給する粉体定量供給機と、上記供給口に液状オルガノポリシロキサン主剤を供給する主剤タンク及び主剤供給ポンプと、連続混練機を加熱する加熱装置とを具備し、連続混練機供給口から供給された粉体と主剤とが混練され、押し出されて連続混練機排出口から排出される液状シリコンゴムベース製造用連続混練装置の排出口に、該排出口から排出される混練物を流通させる筒体を連設すると共に、該筒体を加熱する加熱装置を配設して、上記筒体内を流通する混練物を上記混練機における加熱に引き続いて加熱し得よう構成したことを特徴とする液状シリコンゴムベースの連続的製造装置、

(2) 上記筒体内に静的ミキサーを配設してなる上記

(1)記載の装置、

(3) 上記筒体を2個以上連設すると共に、各筒体間に液状シリコンゴムベース移送用ポンプを介装した上記

(1)又は(2)記載の装置、

(4) 上記(1)、(2)又は(3)記載の装置を使用し、(A)主剤として1分子中に少なくとも2個の反応基を含有する25℃における粘度が100～1,000,000cStである液状オルガノポリシロキサン100重量部を使用すると共に、(B)粉体として比表面積が50m<sup>2</sup>/g以上であるシリカ系充填剤を5～100重量部使用し、上記(A)、(B)成分を上記混練機で混練した後、この混練物を上記筒体内で引き続き加熱することを特徴とする液状シリコンゴムベースの連続的製造方法、及び

(5) 上記筒体内における混練物の加熱温度が80～300℃の範囲であり、この混練物を1分以上加熱するようにした上記(4)記載の方法を提供する。

【0011】本発明の液状シリコンゴムベースの連続的製造装置及び連続的製造方法によれば、上記高温での加熱混合時間を確保するために連続混練機出口に加熱可能な筒体を接続し、引き続き連続的な加熱混合を行うものであり、従来の方法に比べ簡単な工程かつ安価な設備で強力な練り込みを行うことができると共に、高温での加熱混合時間を満足に確保することができ、しかも連続的な製造方法においてもシリコンゴムベースの経時による粘度上昇を抑制し得、保存安定性に優れた液状ベースを製造可能である。

【0012】また、本発明装置及び方法によれば、加熱筒の長さ及び径を調節することにより、連続混練機の練り込み力・シェアレート等を低下させることなく自由に加熱処理時間を変更可能であり、従来の液状シリコンゴムベースの連続的製造の問題点であった加熱処理を容易に調整して行うことができる上、連続混練機を多段に組み合わせる方法よりもプロセス的に単純であり、工程が単純化され製造設備が縮小できる分、設備投資金額も安価に抑えることができる利点がある。

【0013】更に、本発明では、液状シリコンゴムベースが高粘稠の場合は、上記連続混練機に連結した加熱筒中間部にギアポンプを設け、押し出し推進力を保持したり、前記加熱筒内に静的ミキサーを設けて熱履歴を均一化させる方法も併用可能であり、工業的に非常に有利である。

#### 【0014】

【発明の実施の形態】以下、図1により本発明装置の一実施例につき説明する。なお、図4の従来装置と同一構成部品については、同一の参照符号を付してその説明を省略する。

【0015】この図1の装置は、図4の装置において、前記連続混練機排出口7に加熱可能な筒体12を連結すると共に、該筒体12に加熱装置13を設置して、連続的に混練物を加熱可能としたものである。

【0016】本発明で使用する連続的な混練機は、1軸、2軸又は多軸の連続混練機であり、通常市販されている機器を使用することができる。上記連続混練機としては、例えばTEM(東芝機械(株)製)、KRC((株)栗本鉄鋼所製)等が挙げられる。

【0017】上記連続混練機は、混練時の滞留時間を長くするためスクリー径Dに対する軸長Lが大きいほど好ましく、現実的な数値としてはL/D=10以上、特にL/D=30以上のものが好適であり、多用される。

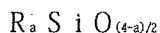
【0018】更に、上記連続混練機には、図1に示した従来の混練装置と同様に原料供給口や混練物排出口は勿論のこと、供給口から排出口の間に1箇所又は複数の助剤添加口、脱気口、計装用センサー取り付け口等を設けることもできる。また、対象製品に合わせ加熱又は冷却可能機器を用いることも可能である。

【0019】また、連続混練機に連結する筒体は、所望

温度に保持可能な加熱装置を備えておけば形状は問わないが、前段の連続混練機に引き続き圧力損失を極力抑え、効率的に加熱処理を行うには円筒状であることが好ましい。

【0020】加熱処理は、熱媒加熱、電気ヒーター加熱、スチーム加熱など何れの方法でもかまわず、これら加熱処理に適した装置を設置することができるが、筒体内を流通する混練物の加熱条件は80～300℃、特に150～300℃で1分以上、特に5分以上の範囲とすることが望ましい。加熱温度が80℃未満及び短時間の加熱では経時による粘度上昇を引き起こす原因ともなるシラノール基を多分に含むシリカ系充填剤の疎水化が十分に行われない場合があり、300℃を超えると主剤である液状オルガノポリシロキサンは劣化、具体的には1分子中に少なくとも2個有する反応基の分離や主鎖切断を生じる場合があり、とりわけ液状シリコンゴムベースの保存安定性を確保するためには150～300℃の範囲が好ましい。

【0021】当該筒体の長さ及び径は、液状シリコンゴムベースの保存安定性が確保できる時間により調節される。連続混練機より押し出される液状シリコンゴムベースの粘度が高粘稠であったり、当該筒体の長さが数メートルに及び当該筒体内のベース移送推進力が低下する場合は、図2に示すように当該筒体12を2分割又はそれ以上の複数個に分割し、分断箇所に加熱可能な液状シリコンゴム移送用ポンプ14を挿入することが好ましい。なおこのポンプもまた当該筒体と同様に加熱することが好ましい。



(但し、式中Rはアルケニル基、水酸基及び一価炭化水素基から選ばれる基であり、少なくとも2個はアルケニル基又は水酸基である。aは1.95～2.05の数である。)

【0027】上記式(1)において、Rのアルケニル基としては、ビニル基、アリル基等の炭素数2～4のものを挙げることができる。アルケニル基及び水酸基以外のRとしての一価炭化水素基としては、炭素数1～12のものが好適であり、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基等のアルキル基、シクロヘキシル基等のシクロアルキル基、フェニル基、ベンジル基等のアリール基などが挙げられる。aは1.95～2.05の数である。

【0028】このオルガノポリシロキサンの粘度は、25℃において100～1,000,000cSt、特に1,000～100,000cStであることが好ましい。

【0029】次に、充填剤である(B)成分としては、主成分がSiO<sub>2</sub>であり、比表面積が50m<sup>2</sup>/g以上のシリカ系充填剤粉末が使用される。このような充填剤としては、例えばヒュームドシリカ、沈降性シリカ、疎水

\*【0022】液状シリコンゴム移送用ポンプとしては、ギアポンプ、スネークポンプ、例えばEXPAC(MAAG社製)、モノポンプ(浜神装備(株)製)等が好適に使用される。

【0023】また、本発明では、当該筒体内を通過する液状シリコンゴムベースが受ける熱履歴をより均一にするため、当該筒体内部に静的ミキサーを挿入することも有効な手段である。この静的ミキサーは、図3に示すように筒体12内に挿入され、上記液状シリコンゴム移送用ポンプ14と併用することも可能である。

【0024】上記静的ミキサーとしては、例えばスタティックミキサー((株)ノリタケカンパニー製)などが好適に使用できる。

【0025】本発明の製造方法は、上記装置を使用し、

(A) 主剤として1分子中に少なくとも2個の反応基を含有する液状オルガノポリシロキサン

(B) 粉体として主成分がSiO<sub>2</sub>である比表面積50m<sup>2</sup>/g以上のシリカ系充填剤

を含有してなる液状シリコンゴムベースを連続的に製造することを特徴とするものである。

【0026】ここで、液状シリコンゴムベースの主剤である(A)成分は、1分子中に少なくとも2個以上の反応基を有するオルガノポリシロキサンであれば何れのものでも使用可能であるが、特に下記平均組成式(1)で示され、1分子中に少なくとも2個以上の反応基、とりわけアルケニル基又は水酸基を有するオルガノポリシロキサンが好適に使用される。

(1)

化処理シリカ等が挙げられる。また、上記シリカ以外にシリコンオイル分、シリカ表面処理用の改質剤などを若干含ませて嵩密度を増加せしめた改質粉末も有効に使用できる。また、必要により、シリカ系充填剤以外の充填剤を配合し得る。

【0030】このシリカ系充填剤の配合量は、上記(A)成分のオルガノポリシロキサン100重量部に対し5～100重量部、特に25～80重量部であることが、本発明の目的の上から有効であり、本発明によれば、充填剤を多量配合した場合でも、安定なシリコンゴムベースを確実に製造し得る。

【0031】

【発明の効果】本発明方法によれば、加熱筒体の長さ及び径を調節することにより、連続混練機の練り込み力・シェアレート等を低下させることなく自由に加熱処理時間を変更可能であり、従来液状シリコンゴムベースの連続的製造の問題点であった加熱処理が容易であり、従来の方法に比べて連続的な製造方法においても経時による粘度上昇を抑制し、保存安定性のある液状シリコンゴムベースを製造可能である。更に、連続混練機を多段に組み合わせる方法よりもプロセス的に単純であり、設

備投資金額も安価に抑える利点がある。

#### 【0032】

【実施例】以下、実施例及び比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。なお、各例中の部はいずれも重量部、粘度は25℃における値である。

【0033】また、実施例にて使用した連続混練機は、図1～3に示す機構を有するものであり、スクリュー径50mm、 $L/D=50$ （ $L$ は軸長、 $D$ はスクリュー径）の3条ネジ同方向回転型2軸スクリュー押し出し機である。上記連続混練機には、液状シリコンゴムベースの主剤であるオルガノポリシロキサン及び充填剤であるSiO<sub>2</sub>を主成分とするシリカ粉末を添加する供給口、混練物を押し出す排出口を設けると共に、連続混練機中間には揮発分除去を目的とした脱気口及び真空ポンプを設置した。また、液状シリコンゴムベースの連続混練機からの排出時粘度の調整を行うためのオイル供給口を連続混練機排出口近傍に設けた。

【0034】〔実施例1〕図1に示す装置において、連続混練機排出口7に内径50mm、長さ500mmの円筒状の金属製筒体12を接続し、この筒体12に上記連続混練機と共に電気ヒーター13を取り付け、加熱可能としたものを使用し、供給口から主剤として両末端がビニルジメチルシリル基で封鎖された25℃における粘度10,000cStの直鎖状ジメチルポリシロキサン100部、充填剤として比表面積180m<sup>2</sup>/g、嵩密度0.1kg/lの湿式系シリカ微粉末67部をギアポンプ及び粉体定量供給機3を用いて連続的に供給した。連続混練機の温度は供給口から $L/D=15$ までを80℃以下に、他の部分は250℃に保持した。連続混練機に接続された金属筒体の温度も全域250℃に保持した。連続混練機途中にて吐出粘度調整用オイルとして、主剤と同様の両末端がビニルジメチルシリル基で封鎖された25℃の粘度10,000cStの直鎖状ジメチルポリシロキサンを95部添加した。

【0035】連続混練機内の滞留時間は90秒、金属筒体を含めた装置全体の滞留時間は8分であった。

【0036】装置より排出した液状シリコンゴムベースは、50℃以下に急冷した。得られた液状シリコンゴムベースは、回転式粘度計（東京計器社製B型粘度計、No.7ローター、10rpm）を用いて製造直後の初期粘度及び105℃にて6時間加熱放置した後の経時粘度を測定した。また、液状シリコンゴムベースをゴム弾性体に硬化させ、ゴム物性を測定するために上記方法にて製造した液状シリコンゴムベース100部に対し、25℃の粘度700cStのSi-O基100モルに対してビニル基5モルを含有する側鎖ビニル基含有オルガノポリシロキサンオイルを3.6部、Si原子に直接結合した水素原子が0.05モル/gである側鎖S

iH基含有オルガノヒドロジェンポリシロキサンオイルを5部、エチニルシクロヘキサノール50%の有機溶液0.4部及び硬化触媒として白金濃度1%のイソプロパノール溶液を各々混合し、120℃で10分間硬化させた。得られたゴム弾性体はJIS-K-6301に基づき硬度、引張強度、伸び、引裂強度等のゴム物性試験を行った。硬度はスプリング式硬さ試験機A型を使用し、引張強度、伸び、引裂強度はクイックリーダー（上島製作所社製）を使用し、測定を行った。粘度及びゴム物性の結果を併せて表1に示す。

【0037】〔実施例2〕図2に示すように連続混練機吐出口7に内径50mm、長さ500mmの円筒状の金属製筒体12を接続し、かつこの筒体12に上記連続混練機と共に電気ヒーター13を取り付け、加熱可能とし、更に、前記筒体の出口部分にギアポンプ（移送用ポンプ）14を接続し、続いて前記ギアポンプ出口部分に再び内径50mm、長さ500mmの円筒状の金属製筒体12を取り付けた。ギアポンプ及び金属筒体共に加熱装置を備えている装置を使用する以外は実施例1と同一処方にて液状シリコンゴムベースを製造した。連続混練機内の滞留時間は90秒、2台の金属筒体及びギアポンプを含めた装置全体で15分であった。実施例1と同様にして得た硬化物の粘度及びゴム物性の結果を併せて表1に示す。

【0038】〔実施例3〕図3に示すように連続混練機吐出口7に内径50mm、長さ500mmの円筒状の金属製筒体12を接続し、この筒体12に上記連続混練機と共に電気ヒーター13を取り付け、加熱可能とし、当該筒体の内部には、複数のエレメントを備えた静的ミキサー（スタティックミキサー）15を挿入した。更に、前記筒体の出口部分にギアポンプ14を接続し、続いて前記ギアポンプ14出口部分に再び内径50mm、長さ500mmの円筒状の金属製筒体12、電気ヒーター13を取り付け、ギアポンプ及び金属筒体共に加熱装置を備えている装置を使用する以外は実施例1と同一処方にて液状シリコンゴムベースを製造した。連続混練機内の滞留時間は90秒、2台の金属筒体及びギアポンプを含めた装置全体で14分であった。実施例1と同様にして得た硬化物の粘度及びゴム物性の結果を併せて表1に示す。

【0039】〔比較例〕図4に示した連続混練機を用いて液状シリコンゴムベースを製造した。製造組成は実施例1と同様である。連続混練機内の滞留時間は90秒であった。

【0040】表1の結果より、本発明によれば、粘度変化の少ない高品質な液状シリコンゴムベースを簡単な工程で製造できることが確認された。

【0041】

【表1】



		初期粘度 (P)	経時粘度 (P)	硬 度 (JIS-A)	引張強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	伸 び (%)	引裂強度 (kg/cm)
実 施 例	1	900	1500	42	60	260	7
	2	780	880	42	68	310	10
	3	770	800	40	72	350	11
比較例 1		900	3850	42	55	230	6

## 【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の連続的製造装置を示す概略図である。

【図 2】 本発明の筒体間にギアポンプを設置した他の実施例を示す概略図である。

【図 3】 本発明の筒体内に静的ミキサー及びギアポンプを設置した別の実施例を示す概略図である。

【図 4】 従来の連続混練装置を示す概略図である。

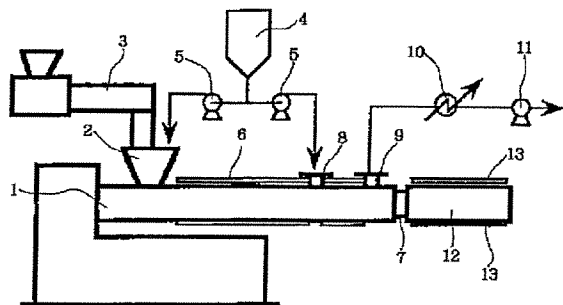
## 【符号の説明】

- 1 連続混練機
- 2 連続混練機供給口
- 3 粉体定量供給機
- 4 主剤タンク

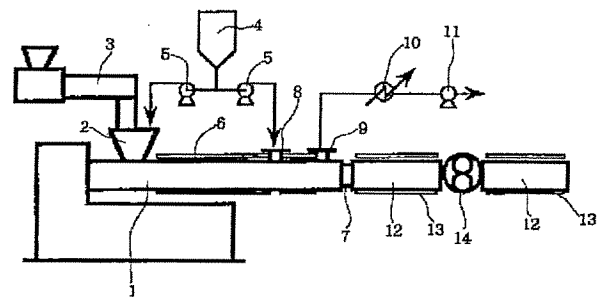
- \* 5 主剤供給ポンプ
- 6 加熱ヒーター
- 7 連続混練機排出口
- 8 調整オイル添加口
- 9 脱気口
- 10 コンデンサー
- 11 真空ポンプ
- 12 筒体
- 13 加熱ヒーター
- 14 移送用ポンプ
- 15 静的ミキサー

\*20

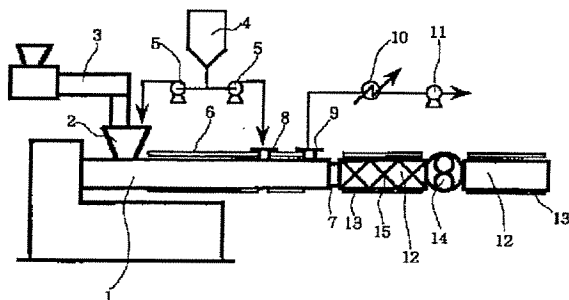
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【図 4】

